

円筒爆縮試験後の硫化亜鉛粒子の結晶構造解析

○津志田 雅之^{a)}、佐藤 徹哉^{a)}、徳田 誠^{b)}

^{a)}熊本大学 研究開発戦略本部 技術部門、^{b)}熊本大学 産業ナノマテリアル研究所

1. 緒言

爆薬による衝撃圧縮は、 10^{-6} 秒程度の極めて短い時間に物質の弾性限界をはるかに超える高圧力を印加し、静水圧縮に近似した超高压状態と断熱的な温度上昇を伴う高压・高温環境を実現する技術である。従来の焼結法と比較して結晶粒の成長を抑制でき、焼結材を用いない固化成形が可能であるため、難焼結性粉末の圧縮固化や新物質・新規物性の発現に向けた研究が進められている。

硫化亜鉛 (ZnS) は、優れた光学特性から発光材料のホスト物質等として広く注目されているが、温度や圧力条件によって閃亜鉛鉱構造、ウルツ鉱構造、岩塩型構造へとその結晶構造が変化する。本研究では、この ZnS 粉末に対し、衝撃圧力を利用した粉体固化法の一つである「円筒爆縮法」を用いて高压処理を施し、回収した試料の結晶構造を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

円筒爆縮試験後に回収した試料を粉末にし、XRD により結晶相を同定した。また、回収試料から集束イオンビーム加工装置により薄膜試料を作製し、CTEM および STEM 観察を行った。

3. 実験結果

XRD の結果から、主として閃亜鉛鉱構造と一致するパターンが得られたが、一部に他構造に由来する回折ピークが確認された。CTEM により得られた制限視野電子回折パターンにおいても、XRD 同様に閃亜鉛鉱構造に起因する回折パターンとともに、異なる構造に由来する回折斑点が観察された。STEM 観察の結果、ZnS 粒子内には多数の積層欠陥が導入されていることが明らかとなった。

図 1 に ZnS 粒子を閃亜鉛鉱構造の $[\bar{1}10]$ から観察した HAADF STEM 像を示す (図 1 上部には原子カラムのモデル図を挿入)。図 1 の右側では、原子カラムが (111) に平行に ABCABC の順で配列した閃亜鉛鉱構造 (3C 構造) となっているのに対し、左側では配列順序が異なり、積層欠陥が導入されている。さらに中央部では、原子カラムが ABAB の順で配列したウルツ鉱構造 (2H 構造) へと部分的に構造が変化していることが確認された。

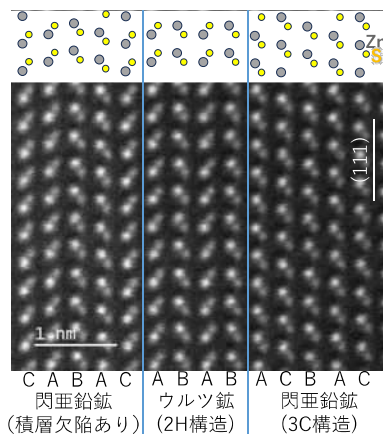


図 1. 円筒爆縮試験後における ZnS 粒子の HAADF STEM 像。上部には原子カラムのモデル図を挿入。モデル図の灰色は Zn、黄色は S 原子カラム。

4. 結言

XRD、CTEM、STEM により、円筒爆縮試験後の ZnS 粒子の結晶相および微細構造を調査した。その結果、回収試料は主として閃亜鉛鉱構造を有しているものの、粒子内には多くの積層欠陥が導入されており、さらに部分的にウルツ鉱構造へと構造変化していることが明らかとなった。